

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-251499

(43)Date of publication of application : 09.09.2003

(51)Int.Cl.

B30B 11/00  
B22F 3/035  
C10M107/02  
C10M107/24  
C10M107/36  
C10M107/44  
// C10N 20:06  
C10N 40:36  
C10N 50:02

(21)Application number : 2002-051591

(71)Applicant : KOBE STEEL LTD  
HIRONO KAGAKU KOGYO KK

(22)Date of filing : 27.02.2002

(72)Inventor : SATO MASAOKI  
HOJO TAKAFUMI  
MURAKAMI MASAHIRO  
FUJISAWA KAZUHISA  
OKUMURA KINICHI

## (54) LUBRICANT IN DIE FOR GREEN COMPACTING AND GREEN COMPACTING METHOD

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a lubricant in a die with which a uniform lubrication film in the die having an excellent performance in a green compacting process can be formed without obstructing a smooth green compacting cycle, pressure in releasing the die can be reduced as well, releasing noise can be suppressed as far as possible, the inside face of the die and the surface of a green compact are not damaged, and a sintered product having excellent surface properties and appearance can be efficiently manufactured, and to provide a green compacting method.

**SOLUTION:** The lubricant in the die for green compacting consists of a powdery resin containing at least one selected from the group consisting of a halogen element, a polymer of an Si element and cyano group-free olefinic monomer, polyamide, polyoxymethylene, a phenolic resin, an epoxy resin, a urea resin, a melamine resin, a urethane resin, and cellulose, and having a particle diameter of 0.05 to 80  $\mu\text{m}$ . The green compacting method uses the same.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 07.12.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2003-251499  
(P2003-251499A)

(43) 公開日 平成15年9月9日 (2003.9.9)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード <sup>*</sup> (参考)
B 3 0 B 11/00		B 3 0 B 11/00	J 4 H 1 0 4
B 2 2 F 3/035		B 2 2 F 3/035	E 4 K 0 1 8
C 1 0 M 107/02		C 1 0 M 107/02	
107/24		107/24	
107/36		107/36	
審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 13 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号	特願2002-51591(P2002-51591)	(71) 出願人	000001199 株式会社神戸製鋼所 兵庫県神戸市中央区脇浜町二丁目10番26号
(22) 出願日	平成14年2月27日 (2002.2.27)	(71) 出願人	591108422 広野化学工業株式会社 兵庫県三木市別所町小林244-1
		(72) 発明者	佐藤 正昭 兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号 株式会社神戸製鋼所高砂製作所内
		(74) 代理人	100067828 弁理士 小谷 悦司 (外1名)
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 圧粉成形用型内潤滑剤および圧粉成形法

(57) 【要約】

【課題】 円滑な圧粉成形サイクルを阻害することなく、圧粉成形過程で金型に均一で優れた性能の型内潤滑膜を効率よく形成することができ、しかも、抜型時の圧力を低下させると共に抜き音を可及的に抑えることができ、且つ金型内面や圧粉成形体の表面を傷めず、優れた表面特性と外観を有する焼結製品を効率よく製造することのできる型内潤滑剤と圧粉成形法を提供すること。

【解決手段】 ハロゲン元素、S i 元素およびシアノ基を含まないオレフィン系モノマーの重合体、ポリアミド、ポリオキシメチレン、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、ウレタン樹脂、セルロースよりなる群から選択される少なくとも1種を含み、粒径が0.05~80μmの粉末状樹脂からなる圧粉成形用型内潤滑剤と、これを用いた圧粉成形法を開示する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ハロゲン元素、Si元素およびシアノ基を含まないオレフィン系モノマーの重合体、ポリアミド、ポリオキシメチレン、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、ウレタン樹脂、セルロースよりなる群から選択される少なくとも1種を含み、粒径が0.05～80 $\mu$ mの粉末状樹脂を主成分として含有することを特徴とする圧粉成形用型内潤滑剤。

【請求項2】 前記粉末状樹脂が、架橋ポリマーからなるものである請求項1に記載の型内潤滑剤。

【請求項3】 前記粉末状樹脂が、圧粉成形温度で揮発する溶剤に分散されたものである請求項1または2に記載の型内潤滑剤。

【請求項4】 圧粉成形用金型を成形温度以上に高めておき、該金型の内面に、粉末状樹脂を主成分とする型内潤滑剤を成形温度で揮発する溶剤に分散した状態で付着させ、金型温度で上記溶剤を揮発させることによって金型内面に潤滑膜を形成した後、該金型内に粉末冶金用粉体を充填して圧粉成形することを特徴とする圧粉成形法。

【請求項5】 型内潤滑剤として、請求項1～3のいずれかに記載の潤滑剤を使用する請求項4に記載の圧粉成形法。

【請求項6】 前記粉末冶金用粉体として、内部潤滑剤を含む粉体を使用する請求項4または5に記載の粉末冶金法。

【請求項7】 前記内部潤滑剤が、請求項1または2に記載の粉末状樹脂である請求項5に記載の粉末冶金法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、金属や金属酸化物などの粉末冶金用粉体を金型で圧粉成形する際に、高密度の圧粉成形体を効率よく成形できる様に改善された圧粉成形用の型内潤滑剤と、該潤滑剤を用いた圧粉成形法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】粉末冶金では、金属や酸化物、炭化物、窒化物などからなる粉体を金型内に充填して加圧成形し、得られる成形体（圧粉体ということがある）を加熱することにより焼結体（焼結製品ということがある）の製造が行われる。焼結製品としては、磁性材料、超硬合金、機械部品、含油金属部品、耐熱材料、接点材料などが挙げられ、近年、自動車産業や機械産業、電子産業などを始めとして様々の分野で幅広く利用されている。

【0003】金型を用いて金属や酸化物などの原料粉体を圧粉成形するに当たっては、原料粉体と金型内壁面との摩擦による成形圧力の増大によって金型が変形したり、金型内壁面の摩耗や傷の発生などによって金型の耐久性が劣化するという問題がある。また、圧粉成形体を金型から抜き出す際に、成形体が型から抜け難くなると

生産性が著しく損なわれ、また抜型時に型カジリなどを起こすと、成形不良品の発生率が増大する。さらに、圧粉成形体を抜型する際の抜き圧が高くなると大きな抜き音が発生し、騒音により作業環境を劣化させる。

【0004】こうした問題を解決するための手段として、金型内面に潤滑剤を塗布または付着させる方法が種々提案されている。たとえば

①金型内に固形潤滑剤を充填して圧縮し、これを抜き出して金型内面に潤滑剤皮膜を形成した後、原料粉体の圧粉成形を行う方法（特開昭54-39306号公報）、  
②水や有機溶剤の如き媒体に分散または溶解させた潤滑剤を、スプレーや刷毛、布などで金型内面に塗布して潤滑皮膜を形成する方法（特開昭52-108323号、同54-71706号、特開平9-104902号、特開2001-219236号公報など）、

③粉末潤滑剤を凝着力や静電気によって金型内面に付着させる方法（特開昭63-50401号、特開平8-100203号公報など）が知られている。

【0005】ところが上記①の方法では、潤滑剤を大量に使用しなければならず、しかも成形サイクルが長くなるという致命的な欠点がある。また上記②の方法は、金型が低温の場合には水や有機溶剤などの揮発に長時間を要し、また高温の金型に適用すると、媒体が瞬時に揮発するため均一な潤滑膜が形成され難くなるという問題が指摘される。また上記③の方法では、金型内面への粉体潤滑剤の付着力が小さいため、金型に原料粉体を充填したときに粉末潤滑剤が金型内面から脱落し、潤滑性能が有効に発揮され難くなる。

【0006】本発明者らは、上記方法の中で、特に②の揮発性溶剤として水や有機溶媒を媒体とする方法において、冷間・温間いずれの成形温度条件下でも型内潤滑剤として優れた造膜性を確保できる様にすれば、取扱いが容易で作業性にも優れた方法になり得ると考えた。

【0007】これまで公開されている揮発性溶媒に分散させた潤滑剤のうち、無機質潤滑剤の例として、窒化ホウ素や黒鉛の微粉末からなる無機質微粉末、或はこれに少量の接着剤を配合したもの（特開昭52-108323号、特開2001-219236号公報など）；あるいは水性コロイダルグラファイトに窒化ホウ素や弗化物を配合したもの（特開昭54-71706号公報など）；フッ素系有機物質にワックス、シリコン、金属セッケン、合成油、グラファイト、タルク、雲母などを配合したもの（特開平8-113797号公報など）；金属セッケンや黒鉛・窒化ボロンなどの固体潤滑剤を溶媒に分散したもの（特開平9-272901号公報など）；黒鉛と窒化ホウ素、二硫化モリブデン、タルク等の固体潤滑剤を水に分散させたもの（特開平9-295102号公報など）；酸化カルシウムや窒化ホウ素などを配合したもの（特開平8-100203号公報など）；金属セッケンやワックス、二硫化モリブデン、窒化ホウ素、グ

ラファイトなどを塗布するもの（特開2000-19902号公報など）などが多数知られている。

【0008】また有機物質の例としては、エチレンビスステアロアミド、ポリエチレンベースの脂肪酸、ポリテトラフルオロエチレン、ワックスなどを溶剤に分散させたもの（特開平8-100203号公報など）がある。

【0009】これらの公報に開示されている潤滑剤の構成成分は、従来からよく知られた一般的なもので、それなりに優れた潤滑性能を期待できる。しかし無機質粉体は、圧粉成形工程で成形体表面に付着し、焼結後もそのまま焼結製品の表面に残存するため、焼結製品の物性や表面外観を劣化させる。しかも、カルシウムや亜鉛、リチウムの如き金属やその酸化物、更にはフッ素化合物や硫化物の如き毒性の強い化合物を使用すると、焼結工程で揮散して環境問題を誘発する。

【0010】また、有機化合物のうちポリテトラフルオロエチレンは分子中にフッ素原子を含んでおり、焼結時にフッ酸などの有毒ガスを発生するという問題がある。また、潤滑剤としてシリコンを使用すると、焼結時の熱で二酸化珪素が生成して焼結炉の炉壁を汚染する。合成油やワックス、エチレンビスステアロアミド、ポリエチレンベースの脂肪酸などの潤滑剤は、50～150℃で低粘性の液状となって潤滑性を示すが、高温では熱分解を起こして潤滑性能を失う。従って、近年における例えば自動車部品の高強度化といった要請に応えるには、更なる高温条件下での粉末成形法が求められる。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記の様な従来技術の問題点を鑑みてなされたものであって、円滑な成形サイクルを阻害することなく、圧粉成形過程で金型に均一で優れた性能の型内潤滑層を効率よく形成することができ、しかも、圧粉成形体を抜型する際の圧力を低下させると共に抜き音を可及的に抑えることができ、且つ金型内面や圧粉成形体の表面を傷めず、更には、潤滑剤が表面に付着した圧粉成形体を焼結する際にも有毒ガスの揮散がなく、更なる高い金型温度での成形を可能ならしめ、優れた表面特性と外観の焼結製品を与え得る様な圧粉成形用の型内潤滑剤と圧粉成形法を提供することにある。

【0012】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決することのできた本発明の圧粉成形用型内潤滑剤とは、ハロゲン元素、Si元素およびシアノ基を含まないオレフィン系モノマーの重合体、ポリアミド、ポリオキシメチレン、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、ウレタン樹脂、セルロースよりなる群から選択される少なくとも1種を含み、粒径が0.05～80μm、より好ましくは0.1μm以上、60μm以下の粉末状樹脂を主成分として含有するところに要旨を有している。この粉末状樹脂は、圧粉成形温度で揮発する溶剤に

分散させた状態で金型内面への潤滑膜形成剤として使用することが望ましい。

【0013】また本発明に係る圧粉成形法とは、圧粉成形用金型を成形温度以上に高めておき、該金型の内面に粉末状樹脂からなる型内潤滑剤を成形温度で揮発する溶剤に分散した状態で付着させ、金型温度で上記溶剤を揮発させることによって金型内面に潤滑膜を形成した後、該金型内に粉末冶金用粉体を充填して圧粉成形するところに要旨が存在する。ここで使用される粉末状樹脂としては、上記重合体や樹脂を主成分とする粒径0.05～80μmのものが好適である。

【0014】本発明の上記方法を利用すれば、粉末冶金用原料粉末として鉄粉などをそのまま用いて圧粉成形した場合でも、型内潤滑剤の前記作用効果によって高密度の圧粉成形体を得ることができるが、使用する粉末冶金用原料粉末の中にも適量の内部潤滑剤を含有させておけば、原料粉末相互の滑り性が高められ、圧粉成形密度を一段と高めることができるので、好ましい実施形態として推奨される。そして前述した型内潤滑剤は、この際に使用する内部潤滑剤としても有効に活用できる。

【0015】

【発明の実施の形態】圧粉成形を行う際に、金型温度を例えば300℃といった高温に高めると、型内潤滑剤として使用される従来の油脂成分は低粘性の液体となり、金型内面を流動して膜厚が不均一になったり、あるいは、蒸発や熱分解を生じてガスが発生したり酸化され易く、潤滑不良や圧粉体表面にムラや巣、変色といった好ましくない現象を引き起こす原因になる。

【0016】そこで、こうした従来の低分子有機化合物に指摘される欠点を解決するには、粉末状の高分子樹脂を利用することが好ましいと考え鋭意探索したところ、上記本発明に到達した。

【0017】すなわち本発明で型内潤滑膜の形成に用いる分散液は、特定の粉末状樹脂が揮発性溶媒に分散したものであるから、スプレー塗布や刷毛塗り、あるいは布に含浸して塗布する方法などで金型内面に塗布し、揮発性溶剤を揮発させるといった簡便且つごく短時間で金型内面に潤滑膜を形成することができ、それにより、室温から高温に亘る広い温度条件下で優れた潤滑性を与えることができる。

【0018】本発明で使用する金型潤滑剤は、粉末状樹脂を揮発性溶剤に分散してなるもので、粉末状樹脂としては、ハロゲン元素またはSi元素、シアノ基を含まないオレフィン系モノマーの重合体、ポリアミド系樹脂、ポリオキシメチレン系樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、ウレタン樹脂、セルロースよりなる群から選択される少なくとも1種が選択される。

【0019】上記においてオレフィン系モノマーとは、炭素-炭素二重結合を有するモノマーであり、公知の方

法でビニル重合することにより高分子量の樹脂となる。但し、ハロゲン元素やSi元素、シアノ基を含むモノマーから得られる樹脂は、焼結工程で有毒物質が発生したり熱分解生成物が生成するので、本発明ではこれら以外のものを使用するのがよい。

【0020】かかるモノマーの具体例としては、スチレンやビニルトルエン、ジビニルベンゼン、メトキシスチレンなどの芳香族ビニル化合物類；メチル（メタ）アクリレートやエチル（メタ）アクリレート、ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、（メタ）アクリル酸、グリシジル（メタ）アクリレート、エチレングリコール（メタ）アクリレートなどのアクリレート類；ブタジエンやイソブレン、ピペリレンなどのジエン類；エチレンやプロピレン、ブチレン、 $\alpha$ -オレフィンなどのオレフィン類；酢酸ビニルや酢酸アリル、安息香酸ビニル、フタル酸ジアリルなどのエステル類；アクリルアミドやメタクリルアミドなどのアミド類；マレイン酸やフマル酸などの酸類などが挙げられる。これらのオレフィン系モノマーは、ラジカル重合やイオン重合、配位重合などにより重合すると樹脂状となる。

【0021】次に、ポリアミド系樹脂の具体例を挙げると、6-ナイロンや66-ナイロン、612-ナイロン、11-ナイロンなどが例示される。ポリオキシメチレン系樹脂としては、ポリアセタールや変性ポリアセタール等が挙げられる。フェノール樹脂とは、フェノールとホルムアルデヒドを酸やアルカリ触媒により付加縮重合することによって得られる熱硬化性樹脂である。エポキシ樹脂は、エポキシ基含有化合物とアミンやカルボン酸含有化合物との反応によって得られる熱硬化性樹脂である。

【0022】尿素樹脂とは、尿素とホルムアルデヒドの付加縮重合によって得られる熱硬化性樹脂、メラミン樹脂とは、メラミンとホルムアルデヒドの付加縮重合によって得られる熱硬化性樹脂、ウレタン樹脂とは、イソシアネート基とアミン化合物やポリオール化合物との付加重合によって得られる熱硬化性樹脂である。セルロースはデンプンから得られるもので、水に不溶性のものが好ましく利用される。

【0023】上記樹脂は、高温条件下での圧粉成形にも適用できるよう高温で分解し難い高分子量物が好ましく、一般的には分子量が1万以上、好ましくは2万以上、さらに好ましくは100万以上のものが使用される。これら高分子樹脂の中でも特に好ましいのは熱硬化性樹脂である。熱硬化性樹脂は、溶剤に不溶であるため分子量は測定できず、熱可塑性樹脂よりも分子量は大きく、熱によって軟化はするが液状にはなり難い樹脂である。

【0024】本発明では、上記高分子樹脂の粉末を揮発性溶剤に分散させた状態で型内潤滑膜形成剤として使用する。ここで揮発性溶剤とは、金型に塗布する前の段階

では液状で粉末状樹脂に対し分散媒として作用し、金型に塗布された後は蒸発し揮散するものである。具体的には水、メタノールやエタノール、グリコールなどのアルコール類；アセトンやメチルエチルケトンなどのケトン類；酢酸エチルや炭酸ジエチルなどのエステル類；ジオキサンやジブチルエーテルなどのエーテル類；トルエンやキシレンなどの芳香族系溶剤；N-メチルピロリドンやジメチルホルムアミドなどの含窒素溶剤など、通常の溶剤が使用できる。溶剤として特に好ましいのは、引火性がなく或は引火性の低い水、水とアルコールやアセトン、N-メチルピロリドンなどの如き水溶性溶媒との混合溶剤である。

【0025】該溶剤に粉末状樹脂を分散させる手段としては、次のいずれかの方法を採用すればよい。

【0026】（1）粒径0.05～80 $\mu$ mの粉末状樹脂を溶剤に添加し、攪拌機などにより強制的に混合して分散させる方法（強制分散法）。この分散液は、放置すると粉末状樹脂が沈殿することがあるので、これを防ぐには、粉末状樹脂の粒径を10 $\mu$ m程度以下に微細化して使用するか、或はポリビニルアルコール、メチルセルロース、CMC、ポリアクリル酸、ポリエチレングリコールなどの水溶性ポリマーや界面活性剤、分散剤などを配合し、分散安定性を高めることが好ましい。

【0027】（2）樹脂を可溶性溶剤に溶解しておき、該溶液を乳化剤や分散剤の存在下で水やアルコールの如き分散用溶剤と混合し、ホモジナイザーやディスパーなどで強制攪拌することにより微分散させる方法（相転換法）。ここで使用される乳化剤としては、ノニオン系界面活性剤や両性界面活性剤が、また分散剤としては、ポリビニルアルコールやCMCなどが例示される。

【0028】（3）熱可塑性樹脂を使用する場合、熱溶解した樹脂と水とを押し出機やニーダーなどにより剪断力をかけながら混練し乳化させて分散液とする方法（強制乳化法）。このとき、樹脂自身で乳化力が不足する場合は、必要に応じて上述した様な乳化剤や分散剤を併用すればよい。

【0029】（4）液状モノマーを乳化剤や分散剤の存在下に水中油滴型の分散状態としておき、これに触媒を加えて重合せしめ、生成した樹脂粒子の分散した水性分散液を得る方法（例えば、乳化重合やシード乳化重合、懸濁重合、乳懸濁重合、マイクロ懸濁重合等の重合法）。

【0030】さらに上記（1）～（4）で得た分散液を適宜組み合わせる使用することができる。

【0031】本発明で使用する粉末状樹脂は、溶剤中に微粒子状で分散している。従って、この分散液を成形温度に高めた金型内面に塗布すると溶剤は直ちに揮発して、金型内面に樹脂粉または樹脂粉と溶融膜が共存する潤滑膜が形成され、固体潤滑機能を発揮する。

【0032】該粉末状樹脂の固体潤滑作用を有効に発揮

させるには、粒子径が $0.05\mu\text{m}$ 程度以上、 $80\mu\text{m}$ 程度以下、より好ましくは $0.1\mu\text{m}$ 以上、 $60\mu\text{m}$ 以下の範囲のものを使用すべきであり、 $0.05\mu\text{m}$ を下回る微粒子状の樹脂粉は、工業的に安定して製造することが困難であるばかりでなく、余りに微細な樹脂粉では、金型内面でのコロ機能による潤滑性が有効に発揮され難くなる。他方、樹脂粉の粒径が大きすぎると、固体潤滑機能が低下するばかりでなく、金型内面から樹脂粒子が脱落し易くなって十分な潤滑作用が発揮され難くなる。

【0033】なお粉末状樹脂の溶剤分散液を調製する際には、粉末状樹脂と共に溶剤に可溶性の樹脂を併用すると、潤滑性能を更に高めることができるので好ましい。即ち溶剤可溶性の樹脂は、金型内面に粉末状樹脂からなる潤滑膜を形成する際に、金型内面への潤滑膜の密着性を高めると共にその均一性を高める作用も発揮するからである。かかる溶剤可溶性樹脂としては、膜形成剤として機能するいわゆる造膜剤やバインダーが利用される。こうした可溶性樹脂の併用による効果を有効に発揮させるには、粉末状樹脂と溶剤可溶性樹脂の使用比率を質量比で $100/0\sim 50/50$ 、好ましくは $98/2\sim 65/35$ の範囲にすることが望ましい。溶剤可溶性樹脂の配合比率が多過ぎると、金型内面に潤滑膜を形成する際の溶剤の蒸発・乾燥に長時間を要し、「金型内面潤滑→圧粉成形用粉末の充填→圧粉成形→成形品の抜型」を1サイクルとする成形サイクルが長くなるので好ましくない。

【0034】上記で使用する溶剤可溶性樹脂は、潤滑膜を構成する粉末状樹脂の分散に用いる溶剤の種類に応じて選択すればよく、例えば、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、無水マレイン酸とスチレンまたはイソブチレンの共重合体、ポリエチレンイミン、ポリアクリルアミド、ポリアクリル酸やその変性物、水溶性アクリル系樹脂、水溶性ウレタン系樹脂、メチルセルロース、変性デンプン、ポリエチレングリコールなどの水溶性樹脂；ポリ酢酸ビニル、ポリエチルビニルエーテル、ポリビニルピリジンなどのアルコール可溶性樹脂などが例示される。

【0035】また、分散液中で粉末状樹脂が沈降することなく安定な分散状態とするため、例えば高級アルコールやノニオン界面活性剤、両性界面活性剤、カチオン界面活性剤などを適量添加することも有効である。

【0036】更に、型内潤滑膜としての潤滑能を一層高めるため、例えば、トリフェニルホスフィンやトリクレジルホスフェートなどの燐化合物；ステアリン酸やオレイン酸などの高級脂肪酸；流動パラフィンなどの極圧潤滑剤を適量含有させることも有効である。

【0037】圧粉成形が高温で行なわれる場合は、成形温度での潤滑膜（即ち、粉末状樹脂）の酸化または燃焼による潤滑能の低下を防ぐため、酸化防止剤を添加する

ことも有効である。酸化防止剤としては、2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノールの如き昇華性のフェノール系酸化防止剤や、テトラキス〔メチレン-3-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート〕メタンなどのフェノール系酸化防止剤などが例示される。

【0038】更に本発明で使用する潤滑剤中には、合成パラフィンやパラフィンワックス、ポリエチレンワックス、ポリプロピレンワックスなどのワックス類；パルミチン酸アミド、メチレンビスステアロアマイド、エチレンビスステアロアマイド等のアミド類；ステアリン酸やモンタン酸などの高級脂肪族有機酸の如く、高温で溶融し低粘性の流体となって潤滑能を発揮する公知の潤滑剤を、本発明の目的を阻害しない範囲で補助的に併用することも可能である。

【0039】本発明において、金型内面に粉末状樹脂含有分散液を塗布する際の濃度は、塗布作業性や金型内面に形成される潤滑膜の厚さ等を考慮して適宜に決めればよいが、一般的な濃度は $0.2\text{質量}\%$ 以上、 $10\text{質量}\%$ 以下、より好ましくは $2\text{質量}\%$ 以上、 $9\text{質量}\%$ 以下である。分散液の濃度が $0.2\text{質量}\%$ を下回る低濃度では、金型内面に形成される潤滑膜が不均一になり易く、金型内面の一部で潤滑不足を生じることがある。他方、 $10\text{質量}\%$ を超えて過度に高濃度になると、分散液の粘度が高くなり過ぎて塗装作業性が低下したり、潤滑膜が厚くなり過ぎて圧粉成形体に表面荒れや巣を生じさせる原因になることがある。

【0040】金型内面への上記分散液の塗布方法は、霧吹きや塗装ガンを用いた気体同伴または非同伴のスプレー方式、布や紙に含浸して塗布する方法など、金型の作動状況に応じて適宜選択して採用すればよい。しかしスプレー方式は、塗布の自動化が容易で且つ金型内面の形状や大きさにかかわらず金型内面の隅々まで均一に塗布し易いので、最も好ましい方法として推奨される。この場合、吹付けるノズルの数や位置、吹き付け時間などは、金型内面の全域に均一且つ適切な付着量が得られる様に適宜決めればよい。

【0041】上記粉末状樹脂を含む分散液を、温度を圧粉成形温度以上に高めた金型の内面に塗布すると、該金型温度で分散液中の揮発性溶剤は直ちに蒸発し、粉末状樹脂を含む潤滑成分のみが金型内面に潤滑膜を形成する。

【0042】即ち本発明では、該揮発性溶剤の揮発（乾燥）に圧粉成形のために採用される金型の熱を採用するもので、従って粉末状樹脂の分散に使用する揮発溶剤としては、圧粉成形温度に応じて当該成形温度で揮発する溶剤が選択して使用される。よって該溶剤の種類は、圧粉成形時の金型温度に応じて、該温度で揮発する沸点のものを選択すべきであり、例えば、圧粉成形を常温乃至 $100^\circ\text{C}$ 程度の比較的低温で行う場合は、該圧粉成形温

度で揮発する例えば低級アルコール系、エーテル系、ケトン系等の低沸点溶剤を使用し、100℃以上の温度で圧粉成形を行う場合は、該成形温度で揮発する例えば水が揮発性溶剤として使用できる。

【0043】圧粉成形を行う際には、金型を所定の成形温度にまで高めてから圧粉成形用の原料粉末を金型内へ充填し、あるいは原料粉末を金型内へ充填し所定の成形温度にまで昇温してから加圧成形が行われるが、本発明では、圧粉成形に先立って金型内面に潤滑膜を形成しておく必要があり、しかも粉末状樹脂を含む分散液中の揮発性溶剤は当該金型温度で揮発させなければならない。従って、金型を所定の成形温度にまで高めてからその内面に粉末状樹脂を含む分散液を塗布し、該分散液に含まれる揮発性溶剤を金型の保有熱で揮発させることにより金型内面に潤滑膜を形成し、次いで粉末冶金用の原料粉末を充填してから圧粉成形を行う手順が採用される。この際、分散液塗布後の揮発性溶剤の揮発を促進して乾燥を早めるため、塗布後温風や熱風を吹付けることも可能である。また、分散液を予め加熱してから金型に塗布することも可能である。

【0044】なお金型温度を100℃以上に加熱した場合は、分散用の溶媒として水を使用したときでも、分散液中の水は金型内面への塗布から1秒以内に揮発して速やかに潤滑膜を形成するので、圧粉成形のためのサイクルタイムをほとんど延長することなく、短いサイクルで圧粉成形を効率よく実施できる。但し必要によっては、水と共に適量の低沸点溶剤を併用し水系混合溶媒として使用することで溶剤の揮発を促進し、成形サイクルタイムを更に短縮することも有効である。

【0045】なお金型内面への潤滑膜の好ましい付着量は、不揮発分基準で1~100g/m<sup>2</sup>、より好ましくは5~80g/m<sup>2</sup>の範囲である。付着量が1g/m<sup>2</sup>未満では、充分な型内潤滑作用が得られ難くなり、逆に100g/m<sup>2</sup>を超えて過度に付着量が多くなると、圧粉成形体が表面荒れを起こしたり表層部に巣ができて焼結製品欠陥の原因になることがある。

【0046】金型内面への潤滑膜形成後は、金型内への粉末冶金用原料粉末の充填と圧粉成形を数秒以内で可及的速やかに行うことが好ましい。潤滑膜の形成から圧粉成形までに時間が経過し過ぎると、潤滑性低下を引き起こす恐れがあるからである。また、例えば500℃という高温条件下で潤滑膜が酸化劣化したり、あるいは、潤滑膜が高温条件下で蒸発したり熱分解を起こし、潤滑能が損なわれる恐れがあるからである。

【0047】圧粉成形のための好ましい金型温度は、室温から500℃までの範囲であり、成形温度が常温未満の低温では、揮発性溶剤の種類にもよるが分散液塗布後の乾燥に時間がかかり、成形サイクルが長くなって生産性が低下し、一方成形温度が500℃を超えると、型内潤滑膜の酸化劣化や蒸発が軽視できなくなる。分散媒と

して水や水系混合溶媒を使用するときのより好ましい圧粉成形温度は130~400℃の範囲である。

【0048】金型の材質には特に制限がなく、いずれの素材でも使用可能である。成形圧力も特に制限されない。

【0049】圧粉成形に使用される粉末冶金用原料粉末の種類にも特に制限がなく、鉄・銅やステンレス鋼の如き各種鉄基合金を始めとして、銅、アルミ、チタンの如き非鉄金属や合金などの金属類、更には金属酸化物、金属炭化物、金属窒化物、金属ホウ化物など様々の原料を使用できる。

【0050】本発明の方法を実施するに当たっては、前記潤滑剤を型内潤滑として使用し、上記原料粉末を用いて圧粉成形すればよい。この際、上記原料粉末に通常の内部潤滑剤を配合して使用し、型内潤滑に加えて内部潤滑効果を相加的乃至相乗的に発揮させて圧粉密度を一段と高めることも勿論可能である。この際、本発明の前記型内潤滑剤を、内部潤滑剤として粉末冶金用原料粉末中に例えば0.01~0.3質量%程度配合して使用することも有効である。

【0051】この際、金型内面への潤滑膜形成時における前記揮発性溶剤の蒸発潜熱による金型温度の降温を補うため、原料粉末を適度に加熱してから金型内部へ充填することも、好ましい実施形態として推奨される。

【0052】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、下記実施例はもとより本発明を制限するものではなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で変更実施することは何れも本発明の技術的範囲に含まれる。なお下記において、「部」および「%」とあるのは、特に断らない限り質量基準であり、各物性値は下記方法で測定した値を意味する。

【0053】[粉末状樹脂の融点およびT<sub>g</sub>(℃)] DSC(示差走査熱量計)を使用し、昇温速度10℃/分で測定した。なお架橋度の高い樹脂は、DSCチャートのベースラインの変曲点が200℃まで明確に認められなかったので、>200℃と記した。

【0054】[粉末状樹脂の平均粒径(μm)] レーザ一回折散乱式粒度分布測定器(COULTER MULTISIZER)を使用し、積算質量が50%になったときの粒径を平均粒径(μm)とした。

【0055】[圧粉成形後の抜出力(MPa)] 原料粉体を圧縮成形したのち金型から圧粉成形体を抜き出す際の力を、金型と成形体の接触面積で除した値として求めた。

【0056】[抜出音] 各圧粉成形温度での成形後に、圧粉成形体を抜き出すときに発生する音の有無を聞き分けて評価した。いずれかの成形温度で音が認められた場合を抜出音「有」とし、無い場合は「-」で示した。

【0057】[圧粉成形体外観] 得られた圧粉成形体の

外観を目視観察し、傷が無く光沢面に近い状態を○とし、僅かに疵ありを△、傷が多いものを×とした。

【0058】[圧粉成形体密度 ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )] 得られた圧粉成形体の質量を測定し、体積で除した値を示した。

【0059】[圧粉成形体強度 (MPa)] JPMA M09-1992に準じて測定した。

【0060】[焼結体強度 (MPa)] JPMA M09-1992に準拠して得た圧粉成形体を焼結した後、JPMA M09-1992に準じて強度を測定した (焼結条件;  $1140^\circ\text{C} \times 20$ 分、窒素ガス雰囲気)。

【0061】参考例A～D (懸濁重合による粉末状樹脂分散液の製造)

滴下ロート、攪拌機、温度計、窒素ガス導入管および還流冷却器を備えたフラスコに、分散剤としてポリビニルアルコール (加水分解率; 80モル%、重合度; 1500) 0.2部を溶解させた脱イオン交換水200部を仕込む。次いで窒素置換した後、表1に示す組成のモノマー混合物100部をフラスコに仕込み、窒素雰囲気下で攪拌しながら $60^\circ\text{C}$ に昇温し、次いでベンゾイルパーオキサイドを0.15部添加して、同温度で10時間懸濁重合を行った。この重合により、固形分濃度32%の水分分散体を得た。なお、表中のMMAはメチルメタクリレート、BAはブチルアクリレート、EDMAはエチレングリコールジメタクリレート、MAAはメタクリル酸、Stはスチレンを表している。

【0062】なお、上記水分分散体から樹脂を分離し、乾燥して得た樹脂のTg ( $^\circ\text{C}$ ) および平均粒径 ( $\mu\text{m}$ ) を表1に示した。

【0063】参考例E (乳化重合による粉末状樹脂分散液の製造)

滴下ロート、攪拌機、温度計、窒素ガス導入管および還流冷却器を備えたフラスコに、乳化剤としてドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム0.3部を溶かした脱イオン交換水200部を仕込み、窒素置換した。その後、表1に示した組成のモノマー混合物100部を仕込み、窒素雰囲気下で攪拌してモノマーを乳化させると共に、 $60^\circ\text{C}$ に昇温した。次いで過硫酸アンモニウム0.3部を仕込み、同温度で10時間乳化重合を行った。この重合により、固形分濃度が32%の水分分散体を得た。該水分分散体から前記と同様にして樹脂を分離し、乾燥して得た樹脂のTg ( $^\circ\text{C}$ ) および平均粒径 ( $\mu\text{m}$ ) を表1に示した。

【0064】参考例F (シード重合による粉末状樹脂分散液の製造)

滴下ロート、攪拌機、温度計、窒素ガス導入管および還流冷却器を備えたフラスコに、乳化剤としてドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム0.3部を溶かした脱イオン交換水200部を仕込み、窒素置換した。その後、MMA10部とBA3部をフラスコに仕込み、窒素雰囲気下でよく攪拌しながら $60^\circ\text{C}$ に昇温した後、過硫酸アンモニウムを0.1部添加して1時間重合することにより、シードポリマーラテックスを合成した。その後、更にMMA75部とBA2部、EDMA5部、MAA5部のモノマー混合物87部を仕込み、窒素雰囲気下でよく攪拌しながら $70^\circ\text{C}$ に昇温し、次いで過硫酸アンモニウム0.1部を加えて同温度で10時間重合反応を行った。この重合により、固形分濃度が32%の水分分散体を得た。該水分分散体から前記と同様にして樹脂を分離し、乾燥して得た樹脂のTg ( $^\circ\text{C}$ ) と平均粒径 ( $\mu\text{m}$ ) を表1に示した。

【0065】参考例G～P (強制分散による粉末状樹脂分散液の製造)

表2の符号G～Pに記載した粉末状樹脂5部と0.4%ポリビニルアルコール (ケン化度; 88モル%、重合度; 1700) 水溶液95部を混合し、ホモジナイザーで分散することによって5%濃度の樹脂分散液を得、参考例G～Pとした。

【0066】参考比較例Q～U (強制分散法による各種樹脂分散液の製造)

表2の参考比較例Q～Uに記載した樹脂または無機粉末5部と0.4%ポリビニルアルコール (ケン化度; 88モル%、重合度; 1700) 水溶液95部を混合し、ホモジナイザーで分散させて5%濃度の水分分散体を得、参考比較例Q～Uとした。

【0067】参考例V (相転換法による樹脂分散液の製造)

ポリスチレン (Tg:  $100^\circ\text{C}$ ) 5部をトルエン6部に溶解した後、乳製カゼイン0.1部を溶解した水50部と混合した後、ホモジナイザーで攪拌しながら5%アンモニア水を39部添加し、分散液を得た。該分散液において、樹脂分は2～ $15\mu\text{m}$ の油滴として水中に存在しており、溶剤を蒸発した後の粒子径は0.4～ $8\mu\text{m}$ であった。

【0068】

【表1】



ポリマー 粉末番号	組成(部)					T <sub>g</sub> (°C)	平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	備考
	MMA	BA	EDMA	MAA	St			
参考例A	92	2	6	—	—	示さず	0.8	本発明例
参考例B	90	2	4	—	4	170	20	本発明例
参考例C	92	2	6	—	—	示さず	90	比較例
参考例D	100	—	—	—	—	130	3	本発明例
参考例E	92	2	6	—	—	示さず	0.5	本発明例
参考例F	85	5	5	5	—	示さず	45	本発明例

【0069】

【表2】

ポリマー 粉末番号	ポリマー粉末組成	融点 (°C)	T <sub>g</sub> (°C)	平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	備考
参考例G	ポリアミド(6ナイロン)	175	—	10	本発明例
参考例H	ポリアセタール	175	—	3	本発明例
参考例I	フェノール樹脂	—	>200	15	本発明例
参考例J	エポキシ樹脂	—	>200	20	本発明例
参考例K	尿素樹脂	—	>200	20	本発明例
参考例L	メラミン樹脂(メチロールメラミン)	—	95	8	本発明例
参考例M	ポリウレタン樹脂	—	>200	6	本発明例
参考例N	結晶性セルロース	>200	—	40	本発明例
参考例O	ポリエチレン	127	—	40	本発明例
参考例P	ポリプロピレン	158	—	40	本発明例
参考比較例Q	黒鉛	—	—	1	比較例
参考比較例R	窒化ホウ素	—	—	3	比較例
参考比較例S	二硫化モリブデン	—	—	1	比較例
参考比較例T	エチレンビスステアロアミド	142~148	—	0.4	比較例
参考比較例U	ポリテトラフルオロエチレン	—	135	1	比較例

## 【0070】実施例1～5、比較例1

圧粉成形用の原料粉末として、高圧縮性鉄粉(神戸製鋼所製:商品名「アトメル4800DF-C」、粒径250 $\mu\text{m}$ 以下)100部に対し、黒鉛粉末0.6部と金属石鹸系潤滑剤0.1重量部を混合して、粉末冶金用混合粉末を調製した。

【0071】他方、圧粉成形機に取り付けられた成形用金型を所定の圧粉成形温度に高めておき、その内面に上記で得た分散液(型内潤滑剤)を噴霧する。

【0072】金型のキャビティは横32mm、縦13mm、高さ6mmの成形体が形成される大きさであり、所定の温度に維持しておく。表1に示した分散液を、不揮発分濃度で5%となる様に水またはメタノールで濃度調整した後、空気同伴型の塗装用スプレーによって金型内面に噴霧すると、分散液は金型内面に付着したのち、水またはメタノールは金型温度で直ちに蒸発して金型内面に潤滑膜が形成される。

【0073】このとき金型内面への潤滑剤の付着量( $\text{g}/\text{m}^2$ )は、スプレーのノズル先端から10cm離れた位置に直径40mmの鏡面仕上げ超硬金属板をおき、これに各分散液を空気同伴で吹き付け、該金属板上に付着

する潤滑膜の質量を測定して単位面積当たりの潤滑膜量を算出した。そして、潤滑膜量は1~100 $\text{g}/\text{m}^2$ となる様に、同伴する空気圧やスプレー時間を予め設定しておき、スプレー機器の先端から金型内面までの距離を調整した。その後、金型内面への潤滑膜の形成状況を観察した。

【0074】次いで、上記方法で内面に潤滑膜を形成した金型に、先に調製した粉末冶金用原料粉末を投入して圧粉成形し、横32mm、縦13mm、高さ6mmの圧粉成形体を製造する。圧粉成形時の圧力は686MPaとし、金型温度は室温と150℃および350℃の3点について行った。そして、成形後金型から圧粉成形体を抜型する際の抜出力と抜出音を観察すると共に、圧粉成形体抜型後の成形体の表面状況を目視観察すると共に、該圧粉成形体の密度および強度を求めた。

【0075】更に、得られた各圧粉成形体を、 $\text{N}_2$ ガス雰囲気下にて1140℃×20分焼結し、得られた焼結体の強度(MPa)を求めた。結果を表3に示す。

【0076】

【表3】

実験番号		実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	比較例 1
金型温度(℃)	ポリマ-粉末	参考例 A	参考例 B	参考例 D	参考例 E	参考例 F	参考例 C
室温	抜出力(MPa)	21	24	25	18	14	40
	圧粉体外観	○	○	○	○	○	△
	圧粉体密度 (g/cm <sup>3</sup> )	7.26	7.29	7.29	7.27	7.26	7.25
	圧粉体強度 (MPa)	24	25	24	23	25	22
	焼結体強度 (MPa)	1070	1060	1080	1090	1080	1040
150℃	抜出力(MPa)	35	38	40	20	29	50
	圧粉体外観	○	○	○	○	○	△
	圧粉体密度 (g/cm <sup>3</sup> )	7.41	7.42	7.43	7.44	7.45	7.36
	圧粉体強度 (MPa)	35	36	35	36	35	34
	焼結体強度 (MPa)	1110	1090	1100	1140	1120	1060
350℃	抜出力(MPa)	65	65	65	50	45	80
	圧粉体外観	○	○	○	○	○	×
	圧粉体密度 (g/cm <sup>3</sup> )	7.52	7.54	7.55	7.56	7.54	7.51
	圧粉体強度 (MPa)	122	125	128	135	131	120
	焼結体強度 (MPa)	1180	1190	1200	1210	1180	1110
抜出音		—	—	—	—	—	有

【0077】表3より次の様に考察できる。すなわち実施例1～5では、粒径が0.05～80 $\mu$ mの範囲にあるメタクリレート系樹脂を潤滑膜成分として用いた例であり、いずれの場合も、低温から高温の金型温度で安定して良好な結果が得られている。これに対し比較例1は、粒径が90 $\mu$ mの粉末状樹脂を使用しているため、抜出圧が高くなっている。これらの結果より、粉末状樹脂の粒径は80 $\mu$ m以下が好ましいことが分かる。

【0078】比較例2～6

上記実施例5において、潤滑膜形成剤として前記表2の参考比較例Q～Uで得た分散液(5%濃度の水分散体として使用)に代えた以外は同様にして実験を行った。その結果を表4に示す。

【0079】

【表4】

実験番号		比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5	比較例 6
金型温度 (°C)	ポリマー粉末	参考比較例Q	参考比較例R	参考比較例S	参考比較例T	参考比較例U
室温	抜出力(MPa)	32	32	35	36	38
	圧粉体外観	○	○	○	○	○
	圧粉体密度 (g/cm <sup>3</sup> )	7.25	7.23	7.26	7.22	7.23
	圧粉体強度 (MPa)	23	22	24	23	22
	焼結体強度 (MPa)	1060	1010	1020	980	990
150°C	抜出力(MPa)	30	50	45	46	42
	圧粉体外観	○	○	○	○	○
	圧粉体密度 (g/cm <sup>3</sup> )	7.42	7.42	7.44	7.43	7.39
	圧粉体強度 (MPa)	35	35	35	33	32
	焼結体強度 (MPa)	1080	1090	1100	1090	1050
350°C	抜出力(MPa)	70	75	70	80	70
	圧粉体外観	○	○	○	×	△
	圧粉体密度 (g/cm <sup>3</sup> )	7.50	7.52	7.51	7.47	7.50
	圧粉体強度 (MPa)	121	124	123	110	115
	焼結体強度 (MPa)	1120	1140	1110	1090	1110
抜出音		—	—	—	有	—

【0080】表4からも明らかな様に、公知の潤滑剤である黒鉛や窒化ホウ素、二硫化モリブデンは、全ての金型温度で良好な潤滑性が得られているが、比較例5で示したエチレンビスステアロアミドは350°Cで抜き圧が上昇しており、高温での使用に耐えない。また、比較例6で示したポリテトラフルオロエチレンは優れた潤滑能力を有しているが、分子中にフッ素原子を含むため、焼結工程で有毒ガスを発生する危険性がある。また、黒鉛（比重：2.0～2.3）や二硫化モリブデン（比重：4.8）、窒化ホウ素（比重：2.3）は、水性分散液として固形成分が沈降分離し易く取扱い性に欠けるのに対し、実施例の粉末状樹脂は比重が0.9～1.6であり、水性媒体中での分散安定性も良好であった。

#### 【0081】実施例6～15

前記実施例5において、分散液を前記表2に示した参考例G～Pの分散液（5%濃度の水分散体として使用）に代えた以外は同様にして実験を行ない、表5、6に示す結果を得た。

#### 【0082】実施例16

前記実施例5において、潤滑膜形成剤を参考例Vの分散液に代えた以外は同様にして実験を行ない、表6に示す結果を得た。

#### 【0083】実施例17

前記実施例5において、潤滑剤として樹脂分散液とエチレンビスステアロアミドの水分散液を90：10の比（固形分比）混合したものを使用した以外は同様にして実験を行ない、表6に示す結果を得た。

#### 【0084】実施例18

前記実施例5において、潤滑剤として、樹脂分散液90部に更に5%濃度のポリビニルアルコール水溶液を10部加えた分散液を用いた以外は同様にして実験を行ない、表6に示す結果を得た。

#### 【0085】実施例19、20

上記実施例5において、型内潤滑剤として参考例AまたはFで得たものを使用し、また、粉末冶金用原料金属粉末として高圧縮性鉄粉（神戸製鋼所製、商品名「アトメル4800DF-C」、粒径250μm以下）100部に対し、内部潤滑剤として、同じく参考例AまたはFで得た水分散体を加熱乾燥して得た樹脂粉末0.1部と黒鉛粉末0.6部を加えて均一に混合した粉末冶金用混合粉末を使用し、それ以外は同様にして実験を行ない、表7に示す結果を得た。

#### 【0086】

#### 【表5】

実験番号		実施例6	実施例7	実施例8	実施例9	実施例10	実施例11	実施例12
金型温度	ポリマー粉末	参考例G	参考例H	参考例I	参考例J	参考例K	参考例L	参考例M
室温	抜出力(MPa)	22	25	28	30	32	35	30
	圧粉体外観	○	○	○	○	○	○	○
	圧粉体密度 (g/cm <sup>3</sup> )	7.26	7.27	7.25	7.25	7.25	7.25	7.28
	圧粉体強度 (MPa)	23	22	21	20	21	20	24
	焼結体強度 (MPa)	1060	1050	1040	1070	1090	1040	1070
150℃	抜出力(MPa)	36	40	45	45	42	50	38
	圧粉体外観	○	○	○	○	○	○	○
	圧粉体密度 (g/cm <sup>3</sup> )	7.40	7.41	7.39	7.40	7.41	7.40	7.41
	圧粉体強度 (MPa)	34	35	35	36	35	36	38
	焼結体強度 (MPa)	1100	1110	1080	1110	1150	1120	1150
350℃	抜出力(MPa)	55	65	70	65	65	70	50
	圧粉体外観	○	○	○	○	○	○	○
	圧粉体密度 (g/cm <sup>3</sup> )	7.51	7.48	7.48	7.52	7.52	7.51	7.52
	圧粉体強度 (MPa)	120	122	121	132	123	124	131
	焼結体強度 (MPa)	1140	1160	1100	1130	1110	1120	1170
抜出音		—	—	—	—	—	—	—

【0087】

【表6】

実験番号		実施例13	実施例14	実施例15	実施例16	実施例17	実施例18
金型温度 (℃)	ポリマー粉末	参考例N	参考例O	参考例P	参考例V	参考例F :エチレン/ビス スチアロアミド =90:10	参考例F +ポリビニル アルコール =90:10
室温	抜出力(MPa)	30	25	30	30	20	10
	圧粉体外観	○	○	○	○	○	○
	圧粉体密度 (g/cm <sup>3</sup> )	7.26	7.26	7.27	7.26	7.29	7.29
	圧粉体強度 (MPa)	25	24	24	25	25	25
	焼結体強度 (MPa)	1030	1080	1090	1090	1050	1090
150℃	抜出力(MPa)	40	35	40	50	35	35
	圧粉体外観	○	○	○	○	○	○
	圧粉体密度 (g/cm <sup>3</sup> )	7.39	7.38	7.43	7.41	7.45	7.45
	圧粉体強度 (MPa)	35	35	36	35	37	36
	焼結体強度 (MPa)	1100	1090	1100	1050	1130	1140
350℃	抜出力(MPa)	55	75	75	70	40	70
	圧粉体外観	○	○	○	○	○	○
	圧粉体密度 (g/cm <sup>3</sup> )	7.49	7.48	7.48	7.47	7.52	7.49
	圧粉体強度 (MPa)	125	120	121	120	127	128
	焼結体強度 (MPa)	1120	1000	1110	1110	1150	1140
抜出音		—	—	—	—	—	—

【0088】

【表7】

実験番号		実施例19	実施例20
金型温度 (°C)	ポリマー粉末	参考例A (内部潤滑剤として、参考例Aの乾燥粉末を使用)	参考例F (内部潤滑剤として、参考例Fの乾燥粉末を使用)
室温	抜出力(MPa)	21	14
	圧粉体外観	○	○
	圧粉体密度 (g/cm <sup>3</sup> )	7.26	7.26
	圧粉体強度 (MPa)	24	25
	焼結体強度 (MPa)	1070	1080
150°C	抜出力(MPa)	35	29
	圧粉体外観	○	○
	圧粉体密度 (g/cm <sup>3</sup> )	7.41	7.45
	圧粉体強度 (MPa)	35	35
	焼結体強度 (MPa)	1110	1120
350°C	抜出力(MPa)	65	45
	圧粉体外観	○	○
	圧粉体密度 (g/cm <sup>3</sup> )	7.52	7.54
	圧粉体強度 (MPa)	122	131
	焼結体強度 (MPa)	1180	1180
抜出音		—	—

【0089】これらの結果からも明らかな様に、潤滑膜形成剤として各種粉末状樹脂の水分散液を用いたもの（実施例6～15）は、いずれも優れた潤滑性を示しており、ポリスチレンの乳化液（実施例16）も有効に使用できることが分かる。また実施例17からは、エチレンビスステアロアミドのみを用いた前記表3の比較例5に比べて優れた潤滑性を有していることが分かる。更に実施例18からは、造膜成分としてポリビニルアルコール

を併用すると金型内面に良好な潤滑膜を形成し、優れた潤滑性を発揮することが分かる。

【0090】実施例19、20は、型内潤滑膜を形成すると共に、該型内潤滑剤と同じものを乾燥して得た粉末樹脂を内部潤滑剤として使用した例であるが、何れの場合も外面性状が良好で密度の高い圧粉成形体が得られている。

【0091】

【発明の効果】本発明は以上の様に構成されており、潤滑膜を構成する粉末状樹脂として、ハロゲン元素、Si元素およびシアノ基を含まないオレフィン系モノマーの重合体、ポリアミド、ポリオキシメチレン、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、ウレタン樹脂、セルロースを選択することにより、円滑な成形サイクルを阻害することなく、圧粉成形過程で金型に均一で優れた性能の型内潤滑層を効率よく形成することができ、しかも、圧粉成形体を抜型する際の圧力を低下させると共に抜き音を可及的に抑えることができ、且つ金型内面や圧粉成形体の表面を傷めず、優れた表面特性と外観を有する焼結製品を効率よく製造し得ることになった。また、潤滑膜が表面に付着した圧粉成形体を焼結する際にも、有毒ガスが揮散したり、焼結炉の内壁面に潤滑剤の熱分解生成物が付着堆積するといった問題も未然に回避できる。

【0092】そして本発明の圧粉成形法によれば、圧粉成形用金型を成形温度以上に高めておき、該金型の内面に、上記粉末状樹脂からなる潤滑剤を成形温度で揮発する溶剤に分散した状態で付着させ、金型温度で上記溶剤を揮発させることによって金型内面に潤滑膜を形成した後、該金型内に粉末冶金用粉体を充填して圧粉成形することにより、短い成形サイクルで効率よく圧粉成形を遂行し得ることになった。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

(参考)

C 1 0 M 107/44

C 1 0 M 107/44

// C 1 0 N 20:06

C 1 0 N 20:06

Z

40:36

40:36

50:02

50:02

(72)発明者 北条 啓文

兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号  
株式会社神戸製鋼所高砂製作所内

(72)発明者 藤沢 和久

神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

(72)発明者 村上 政博

兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号  
株式会社神戸製鋼所高砂製作所内

(72)発明者 奥村 欽一

兵庫県三木市別所町小林244-1 広野化学工業株式会社内

F ターム ( 参考 ) 4H104 CA01A CB12A CB19A CE11A  
CE13A CE14A EA08A PA48  
QA08  
4K018 CA07 CA08 CA09